

**VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ALDEHYDEN ODER KETONEN DURCH
KATALYTISCHE DEHYDRIERUNG VON ALKOHOLEN**

Publication number: DE2358254 /
Publication date: 1975-06-05
Inventor: SOMMER OSWIN DIPL ING DR; KNOERR FRITZ DIPL
CHEM DR
Applicant: WACKER CHEMIE GMBH
Classification:
- **International:** **B01J23/86; C07C45/00; B01J23/76; C07C45/00; (IPC1-7): C07C45/16; B01J23/86; C07C47/02; C07C47/20; C07C49/06**
- **European:** B01J23/86F; C07C45/00D
Application number: DE19732358254 19731122
Priority number(s): DE19732358254 19731122

10/572628

1⁸ ref**Report a data error here**

Abstract not available for DE2358254

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide**BEST AVAILABLE COPY**

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ALDEHYDEN ODER KETONEN DURCH KATALYTISCHE DEHYDRIERUNG VON ALKOHOLEN

Claims of DE2358254

[Translate this text](#)

Patentansprüche 1. Verfahren zur Herstellung von Aldehyden oder Ketonen durch katalytische Dehydrierung von primären oder sekundären Alkoholen mit 5-15 C-Atomen in Gegenwart eines Zinkchromit-

Katalysators, bei dem das molare Verhältnis von Zinkoxyd zu

Chrom-III-oxyd 0,8-1,2 : 0,5-0,8 beträgt und der mit 2 - 10 Gew. %

Kupfer-II-oxyd sowie 0,5-5 Gew. % Kadmiumoxyd dotiert ist, bei erhöhter Temperatur dadurch gekennzeichnet, dass dem Zinkchromit-Katalysator 5-15 Gew. % Chrom-III-oxyd, bez.

auf den Katalysator, zugesetzt werden, wobei das Chrom-III-oxyd in Form von

Ammoniumdichromat zugemischt und durch Tempern bei

300-450 °C in einen hochaktiven verteilten Zinkchromit

Katalysator übergeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass 8-10 Gew. % Chrom-III-oxyd, bez. auf den Katalysator, zugesetzt werden.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ALDEHYDEN ODER KETONEN DURCH KATALYTISCHE DEHYDRIERUNG VON ALKOHOLEN

Description of DE2358254

Translate this text

Verfahren zur Herstellung von Aldehyden oder Ketonen durch katalytische Dehydrierung von Alkoholen Die katalytische Dehydrierung von primären Alkoholen zu den entsprechenden Aldehyden ist bekanntlich deshalb schwierig, weil die für die Dehydrierung benötigten Katalysatoren neben ihrer dehydrierenden Wirkung in der Regel eine nicht unwesentliche dehydratisierende Wirkung auf die Alkohole ausüben, wodurch Olefine als Nebenprodukte entstehen und die Aldehyd-Ausbeute vermindert wird. Daneben können als ausbeutemindernde Nebenprodukte Säuren, Ester und Acetale und in manchen Fällen sogar durch Zersetzung der entstehenden organischen Verbindungen Kohlenwasserstoffe und Kohlenmonoxyd, sowie Polymerisate auftreten. Als Dehydrierungskatalysatoren sind eine Vielzahl von Metallen und deren Oxyde vorgeschlagen worden, Kupfer und Nickel, sowie deren Oxyde sind teilweise auch erfolgreich angewendet worden, aber zahlreiche Nachteile mussten mit dem Gebrauch derartiger Metalle in Kauf genommen werden; denn reduzierbare Oxyde bzw.

deren Metalle sind meist gegen Vergiftungen anfällig. Schwerer reduzierbare Oxyde, wie z.B. Zinkoxyd, sind trotz Widerstandsfähigkeit gegen Vergiftung meist weniger aktiv und erfordern relativ hohe Temperaturen zu ihrer Aktivierung, wodurch die dehydratisierende Wirkung meist erhöht wird.

Aus der US-Patentschrift 2 178 761 ist die Verwendung eines Zinkchromit-Kontaktes, der mit Kupfer und Kadmiumoxyd dotiert ist, bekannt, wobei aber niedrige Umsätze bei hohem Anfall an Nebenprodukten erreicht werden.

Gegenstand dieser Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Aldehyden oder Ketonen durch katalytische Dehydrierung von primären oder sekundären Alkoholen und Alkenolen mit 5-15 C-Atomen in Gegenwart eines Zinkchromit-Katalysators, bei dem das molare Verhältnis von Zinkoxyd zu Chrom-III-oxyd 0,8 bis 1,2 : 0,5 - 0,8 beträgt und der mit 2-10 Gew. % Kupferoxyd, vorzugsweise 3-5 Gew. % Kupfer-III-oxyd, sowie 0,5-5 Gew. % Kadmiumoxyd, vorzugsweise 1-1,5 Gew. % Kadmiumoxyd dotiert ist, bei erhöhter Temperatur.

Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass dem Zinkchromit-Katalysator 5-15 Gew. % Chrom-III-oxyd, bezogen auf den Katalysator zugesetzt werden, wobei das Chrom-III-oxyd in Form von Ammondichromat zugemischt und der Katalysator anschliessend durch Tempern bei 300-450 C in einen hochaktiven verteilten Zinkchromit-Katalysator übergeführt wird.

Gemäss einer vorteilhaften Ausführung des vorliegenden Verfahrens werden 8-10 Gew. % Chrom-III-oxyd, bezogen auf den Katalysator, zugesetzt.

Den hochaktiven fein verteilten Katalysator erhält man, indem die an sich in bekannter Weise durch Fällung gewonnene Kontaktzusammensetzung, die ein Metall-Ammondichromat darstellt, thermisch zersetzt, anschliessend mit der entsprechenden Menge Ammondichromat vermischt und bei den genannten Temperaturen getempert wird.

Die angegebenen Prozentzahlen an Kupfer-III-oxyd und Kadmiumoxyd beziehen sich auf den fertiggestellten Rohkontakt, der durch thermische Zersetzung der Metall-Ammondichromat-Fällung erhalten wird.

Der Tempervorgang besteht darin, dass die erhaltene Kontaktmatrix für mehrere Stunden auf 300-400 C erhitzt wird. Geeignete Zeiten für die Temperung sind 3-5 Stunden. Günstige Temperresultate werden bei einer 4stündigen Temperung mit 400 C erzielt.

Der Katalysator kann durch die üblichen Methoden geformt oder aufgebracht auf einen inerten Träger, wie z.B. Bimstein, todgebranntes Aluminiumoxyd, Siliciumcarbid oder Kieselgur zum Einsatz kommen.

Weiterhin kann der Kontakt in Wirbelschicht, bevorzugt aber als Festbett, gemäss den bekannten Methoden verwendet werden.

Günstige Verfahrensergebnisse werden erzielt, wenn die Dehydrierung bei Temperaturen von 270-450 C, vorzugsweise bei 350-400 C und einem Druck von 0,01-2 ata, vorzugsweise 0,5-1 ata, durchgeführt wird.

Die Kontaktzeit hängt von der Arbeitstemperatur und dem gewünschten Umsetzungsgrad ab. Bei den genannten Temperaturen werden hohe Umsätze und wenig Nebenprodukte erhalten, wenn die Verweilzeit der Alkoholdämpfe, bezogen auf das leere Reaktorvolumen, bei 10-50 sek., vorzugsweise 25-35 sek., liegt.

Besonders günstige Umsatzwerte werden erreicht, wenn zusätzlich der Wassergehalt -der eingesetzten Alkohole gering ist. Für das vorliegende Verfahren hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn der Wassergehalt der zum Einsatz kommenden Alkohole 0,2 Gew.%, bezogen auf den eingesetzten Alkohol, nicht überschreitet.

Zur Herstellung von Aldehyden oder Ketonen geeignete Ausgangsverbindungen sind primäre oder sekundäre gesättigte Alkohole mit 5-15 C-Atomen, aber auch die entsprechenden ungesättigten Vertreter dieser Klasse, wie Alkenole. Bei allen genannten Verbindungen handelt es sich um Alkohole mit sowohl geradkettiger als auch verzweigter Kohlenstoffkette.

Es ist überraschend, dass der Katalysator durch den Zusatz des dreiwertigen Chromoxyds eine gesteigerte Aktivität aufweist, die auch über einen längeren Zeitraum erhalten bleibt. Vergiftungserscheinungen bzw. Desaktivierung können auch bei kontinuierlicher Belastung über einen längeren Zeitraum nicht festgestellt werden. So ist z.B. bei der Dehydrierung von 2-Äthylbutanol nach 12 monatiger ununterbrochener Betriebsdauer unter Verwendung des in Beispiel 1 beschriebenen Katalysators keine Abnahme des Umsatzes sowie der Selektivität festzustellen.

Die Selektivität ist sehr gut. Es treten fast keine Nebenprodukte auf. Ernte dehydratisierende Wirkung wurde nicht beobachtet. Die Nebenprodukte liegen unter 1,5 Gew.-% und setzen sich fast durchwegs aus Aldehyden bzw. Ketonen mit niedriger C-Atomzahl zusammen, die fast ausschliesslich vor dem angestrebten Aldehyd, bzw.

Keton sieden. Umsätze von 85-90 Gew. % werden ohne weiteres erreicht.

Bedingt durch den hohen Umformungswert, die extrem hohe Selektivität, geringen Prozentsatz an Nebenprodukten und die auffallend lange Lebensdauer des Katalysators, besteht die Möglichkeit, das aus dem Kontaktofen austretende Aldehyd-Alkoholgemisch bzw. Keton-Alkoholgemisch in einer nachgeschalteten Reaktivitätskolonne zu trennen. Der Blasenablauf, der höhersiedende, nicht umgesetzte Alkoholanteil wird in Umlauf gehalten und kontinuierlich dem Ausgangsprodukt zugefügt.

Wird das Spaltprodukt nach der katalytischen Dehydrierung kondensiert, so erfolgt fast durchwegs eine azeotrope Destillation zur Trennung des Aldehyds bzw. Ketons von Alkohol mit Wasser als Schlepper. Der bei dieser Prozedur mit Wasser gesättigte Retourenalkohol wird wegen der Wasserempfindlichkeit des Katalysators zweckmässigerweise durch Durchleiten über ein Molekularsieb-Bett entwässert.

Die in nachstehenden Beispielen angegebenen Prozentzahlen für Katalysatoraktivität, Umsatz und Selektivität verstehen sich als Gew.-%.

Beispiel 1 Der erfindungsgemässe Katalysator wird durch Auflösen der Salze Zinknitrat 0,825 Mol, Kupfernitrat 0,1 Mol und Kadmiumnitrat 0,0188 Mol in Wasser bis zu einer gesättigten Lösung und anschliessender Fällung mit 0,5 Mol Ammoniumdichromat, ebenfalls in Wasser (400 ml) gelöst, durch tropfenweise Zugabe von 25%iger Ammoniaklösung (60 ml) hergestellt. In die gemeinsame Lösung der Nitratsalze lässt man unter Rühren bei einer Temperatur von 50 C die Ammoniumdichromatlösung langsam zutropfen. Der sich abscheidende Niederschlag enthält das Zinkchromat-Akkret. Durch die weitere Neutralisation der Mutterlauge mit Ammoniak bis zum pH = 7 werden die Promotoren quantitativ als Addukte gefällt.

Das gefällte Präzipitat wird portionsweise mit wenig Wasserstoff Entfernung der Nitrate gewaschen und bei 60 C getrocknet.

Das erhaltene Metall-Ammoniumchromat wird anschliessend in einem Drehrohrföhen thermisch zersetzt. Dies geschieht durch vorsichtiges Erhitzen des Rohadduktes bis zu Ofentemperaturen zwischen 150-200 C. Der erhaltene Rohkontakt ist schwarz und zeigt im Röntgendiagramm keine Interferenzen. Dieses

Mehrstoffkomponentengemenge aus Oxyden des Zinns, Kupfers, Kadmiums und Chroms besitzt diese amorphe Beschaffenheit dehydrierende Wirkung. Die Aktivität ist noch gering, die Selektivität ebenso. Zur Erzielung hoher Aktivitäten, Umsätze und grosser Selektivität der katalytischen Matrix wird dem Rohkontakt, der in einer Menge von 150 g vorliegt, 24, 57 g Ammondichromat zugesetzt und anschliessend diese Kontaktmatrix 4 Stunden bei 400 °C getempert. Der auf diese Weise hergestellte Katalysator ist für dehydrationsreaktionen von Alkoholen in der Dampfphase sehr spezifisch und besitzt eine hohe Aktivität und Selektivität. Seine spezifische Oberfläche beträgt 48 m²/g (BET-Verfahren, Messung N₂).

23 g des erhaltenen Katalysatorpulvers werden auf 75 g Bimstein aufgetragen. Dazu wird der Kontakt in Wasser aufgeschlämmt, anschliessend Bimsteine zugesetzt und durch langsames Abdampfen des Wassers unter rotierender Bewegung die Oberfläche der Bimsteine mit Kontakt überzogen. Diese werden in ein Glasrohr von 16 mm lichter Weite und 1200 mm Länge eingefüllt. In der Achse des Rohres befindet sich ein in einem dünnen Glasrohr verschiebbar angeordnetes Thermoelement. Das Reaktionsrohr wird in einem elektrisch beheizten Ofen eingeführt und mit einem Alkoholverdampfer verbunden. Die aus dem Reaktionsrohr austretenden heissen Reaktionsgase werden in einem Wasserkühler kondensiert und der gebildete Wasserstoff gesondert abgeleitet. Bei einer stündlichen Belastung von 80 ccm wasserfreiem 2-Äthylbutanol und einer Reaktionstemperatur von 375 °C bei Atmosphärendruck beträgt der Umsatz 85% die Selektivität liegt bei 99,8%.

Mit dem gleichen Katalysator, jedoch unter anderen Bedingungen, werden die folgenden Ergebnisse bei der Verwendung des vorstehend genannten Alkohols erzielt: 2-Äthylbutanol. Reaktions- Aktivität d. Umsatz Selektivität Dosierung temperatur Katalysators % v. 2-Äthylbutanol ccm/h °C % % 110 350 73 68 93 100 " 77 7598,4

80 " 84 8599,4

65 " 84,5 84 99,8

50 " 84 80 98,5

30 " 80 7597,7

83,5 250 40,538 94,0 " 300 73,0 73 90 " 350 86,7 85 99,8 " 375 92,7 86 99,8 Vergleichsversuch A Dieser Versuch wird mit einem Zinkchromit-Katalysator, der entsprechend der US-Patentschrift 2 178 761, Beispiel II, jedoch ohne Ammondichromat-Zusatz getempert wurde, durchgeführt. 23 g des Katalysators wurden in der Beispiel 1 aufgeführten Versuchsanordnung geprüft. Bei einer stündlichen Belastung von 80 ccm wasserfreiem 2-Äthylbutanol, einer Reaktionstemperatur von 375 °C und Atmosphärendruck wird folgendes Ergebnis erhalten: Aktivität des Katalysators Umsatz Selektivität von 2-Äthylbutanol 78% 67% 87% Beispiel 2 Mit dem gemäss Beispiel 1 hergestellten Katalysator und der beschriebenen Vorrichtung und unter den dort angegebenen Bedingungen werden 70 ccm/h wasserfreies n-Hexanol bei einer Temperatur von 375 °C über den Kontakt geleitet. Es wird folgendes Ergebnis erhalten: Aktivität der Katalysators Umsatz Selektivität von Capronaldehyd 85% 87% 98,3%

Beispiel 3 Über den in Beispiel 1 verwendeten Katalysator wird bei einer Temperatur von 375 °C in dort beschriebener Dehydrierungsapparatur unter gleichen Bedingungen 80 g/h wasserfreies Pentanol (3) geleitet. Dabei wird folgendes Ergebnis erhalten: Aktivität des Katalysators Umsatz Selektivität v.

Pentanon (3)

95% 91% 99,9% Beispiel 4 Das Verfahren nach Beispiel 1 wurde wiederholt. Der Wassergehalt von 2-Äthylbutanol betrug 0,20 Gew.% bezogen auf 2-Äthylbutanol. Unter diesen Bedingungen ergeben sich: Aktivität des Katalysators Umsatz Selektivität von 2-Äthyl

84% 60% 95% butanol Beispiel 5 Unter Verwendung des in Beispiel 1 beschriebenen Katalysators und unter den dort angegebenen Bedingungen werden 80 ml/h Penten (4)ol (1) in den

Dehydrierungs-ofen eingespeist. Dabei wird folgendes Ergebnis erhalten: Aktivität des Katalysators Umsatz Selektivität v. Penten (4)ol

81% 78% 93% Beispiel 6 Der gemäss Beispiel 1 hergestellte Katalysator wird in der ebenfalls dort beschriebenen Versuchsanordnung verwendet. Stündlich werden 80 ccm Decanol (1) über den Katalysator geleitet. Bei einer Dehydrierungstemperatur von 400 °C und Atmosphärendruck erhält man folgendes Ergebnis: Aktivität des Katalysators Umsatz Selektivität v. Decanol (1)

84% 77% 85%

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

PROCEDURE FOR THE PRODUCTION OF ALDEHYDES OR KETONEN BY CATALYTIC DEHYDROGENATION OF ALCOHOLS

Publication NUMBER: DE2358254

Publication DATE: 1975-06-05

Inventor: SUMMER OSWIN DIPL ING DR; KNOERR FRITZ DIPL
CHEM DR

Applicant: WACKER CHEMISTRY GMBH

Classification:

- Internationally: *B01J23/86; C07C45/00; B01J23/76; C07C45/00;*
(IPC1-7): C07C45/16; B01J23/86; C07C47/02;
C07C47/20; C07C49/06

- European: B01J23/86F; C07C45/00D

Application NUMBER: DE19732358254 19731122

Priority Number (s): DE19732358254 19731122

Report A DATA error here

Abstract emergency available for DE2358254

DATA supplied from the DATA cousin **esp@cenet** - Worldwide

PROCEDURE FOR THE PRODUCTION OF ALDEHYDES OR KETONES BY CATALYTIC DEHYDROGENATION OF ALCOHOLS

Claims OF DE2358254

Translate this text

P A t e n t A n s p r ü C h e 1. Procedures for the production of aldehydes oderKetonen by catalytic dehydrogenation of primary or secondary aluminium koholenmit 5-15 C-atoms in presence of a Zinkchromit Catalyst, with that the molecular relationship from zinc oxide to Chrome iii-oxide 0,8-1,2: 0,5-0,8 amounts to and with 2 - the 10 Gew, % Copper ii-oxide as well as 0.5-5 thread % cadmium oxide are endowed, at increased temperature D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that demZinkchromit - Kata.lyator 5-15G ew % chrome iii-oxide, bez.

on the catalyst, to be added, whereby the chrome iii-oxide in. Form of Ammondichromatzugemischt and by annealing 300-450 C into a high-activity distributed Zinkchromit Catalyst is transferred.

2. Procedure according to requirement 1 D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that 8-10 Gew, % chrome iii-oxide, bez. on denEa talysator, to be zugegetzt.

DATA supplied from the DATA cousin **esp@cenet** - Worldwide

PROCEDURE FOR THE PRODUCTION OF ALDEHYDES OR KETONES BY CATALYTIC DEHYDROGENATION OF ALCOHOLS

Description OF DE2358254

[Translate this text](#)

Procedure to production of aldehydes or Ketones by catalytic dehydrogenation of alcohols the catalytic dehydrogenation of primary alcohols for the appropriate aldehydes is as well known therefore difficult, because usually have the effect of drying for the dehydrogenation needing catalysts beside it ground connection Hg an not-insignificant dehydrating effect on the alcohols, whereby Olefins develop as by-products and the aldehyde yield is decreased. Besides acids, Esters and acetals known in some cases even by decomposition that developing work only by combination of hydrocarbons and Carbon monoxide as exploiting-reducing by-products, as well as polymers appear to one multiplicity of metals and of them as dehydrogenation catalysts were oxide-suggested, Copper and Nickel, as well as their oxides were partly also successfully used, but numerous disadvantages had to be taken along that use of such metals in purchase; because reducible oxides and/or.

their metals are usually susceptible to poisonings. More with difficulty reducible oxides, wiez. Bz zinc oxide, are usually active despite ruggedness against Vergiftung and require relative to high temperatures their activation, whereby the dehydrating effect is usually increased.

From the US patent specification 2,178,761 the use of a Zinkchromit contact, which is endowed with copper and cadmium oxide, is well-known, whereby however low conversions are reached with high Anfall an beside products.

Article dieser Erfindung is a procedure for the production of aldehydes or Ketones through-catalytic dehydrogenation of primary or sekundären alcohols and Alkenolen with 5-15 C-atoms in approximately waits Zinkchromit catalyst, with that the molecular relationship from zinc oxide to chrome iii-oxide 0.8 to 1,2: 0,5 - 0.8 and with 2-10 thread % the copper oxides, preferably 3-5 thread % copper ii-oxide, as well as 0.5-5 Gew.% cadmium oxide, preferably 1-1.5 thread % cadmium oxide amount to are endowed, at increased temperature.

The procedure is characterized by the fact that 5-15 thread % chrome iii-oxide are added to the Zinkchromit catalyst, related to the catalyst, whereby those chrome iii-oxide in the form of Ammondichromat added and the catalyst afterwards through-anneals with 300-450 C in einen high-activity distributed Zinkchromit catalyst is transferred.

In accordance with a favourable execution of the available procedure 8-10 thread % Chrom III oxide, related to den Katalysator, are set.

The high-activity finely distributed catalyst one receives, inden into well-known way contact SA won by precipitation mensetzung, which a metal Ammonchromat represents, thermally is actually decomposed, afterwards with that-appropriate quantity of Ammondichromat mixed and at the calling temperatures annealed.

The indicated Prozentzahlen at copper ii-oxide and cadmium oxide refer to the finished raw contact, which becomes by thermal decomposition of the metal Ammonchromat precipitation receipt EN.

The annealing procedure consists of the fact that the received contact matrix is heated up for several hours on 300-400 °C. Suitable times for those annealing are 3-5 hours. Favorable who of result of annealing obtains with a 4stündigen the annealing with 400 °C.

The catalyst can through the usual methods formed or applied on an inert carrier, like e.g. Bimstein, todge branntes alumina, silicon carbide or Kieselgur to the being set come.

Weiterhinks in that contact in Wirbelschicht, prefers however as fixed bed, in accordance with which becomes well-known Methoden verwendet.

Favorable procedure results are obtained, if the dehydrogenation is accomplished at temperatures by 270-

450 C, preferably with 350-400 cm and a pressure von 0,01-2 ata, preferably 0,5-1 ata.

The time of contact depends on that work temperature and the desired conversion degree. At the calling temperatures high Umsätze und becomes. few by-products receive, if the retention time of alcohol steams, related to which empty reactor volumes, at 10-50 sec., is appropriate for preferably 25-35 sec.

Particularly favorable sales values are reached, if additionally the water content - which is small assigned alcohols. For the available procedure it proved as favourable, if the water content of the which are used alcohols 0.2 Gew.%, related to which, does not cross assigned alcohol.

For the production of aldehydes or Ketonen suitable parent compounds are primary or sekundäre satisfied Alkohole with 5-15 C-Atomen, in addition, the appropriate unsaturated Vertreter dieser class, like Alkenole. With all dengenannten connections it concerns alcohols mit sowohl more geradkettiger than also-branched carbon chain.

Surprising Es ist that the catalyst exhibits an increased activity in the additive of the trivalent chrome oxide, those also period over einen längeren it remains preserved. Symptoms of intoxication and/or. Deactivation be z Bc do not know during the dehydrogenation from 2-Äthylbutanol to 12 of monatiger continuous actual working time using the catalyst no acceptance of the around of sentence described in example 1 as well as will selectivity-determine in such a way also during kontinuierlicher load during a longer period.

The selectivity is very good. Nearly none step by-product on. Harvest dehydratisierende effect one not-observed. The by-products are below 1,5 Gew.% and consist nearly throughout of aldehydes and/or Ketonen with low C-atomic number, those almost exclusively before the aldehyde desired, and/or.

Keton simmer. Conversions of 85-90 thread % werden ohne further reaches.

Under the high shaping value, the extremely high selectivity, small percentage and aufal lend the long life span of the catalyst, the possibility exists an Nebenprodukten of separating of the Kontaktofen withdrawing Aldehyd Alkoholgemisch and/or Keton Alkoholgemisch in a Reaktivierungskolonnen downstream. The expiration of blister, the high-simmering, not converted alcohol portion is in circulation held and caused more kontinuierlich to the output product.

If the fission product is condensed after the catalytic dehydrogenation, then a azeotrope distillation takes place nearly throughout for the separation of the aldehyde and/or. Eetons of alcohol along water as tractors. With water the Retouralkohol resulting with this procedure satisfied because of the Wasserempfindlichkeit of the catalyst pinch-moderate-proves drained by Durchleiten over a molecular sieve bed.

The Prozentzahlen for Katalysatoraktivität, conversion and selectivity, indicated in following examples, understand themselves as Gew.%.

Example 1 the catalyst according to invention is likewise solved copper nitrate 0.1 mol and cadmium nitrate 0.0188 mol by dissolving the salts zinc nitrate 0.825 mol, in water up to a satisfied solution and following precipitation with 0,5 mol of Ammoniumdichromat, in water (400 ml), manufactured through drop by drop addition from 25%iger ammonia solution (60 ml). Into the gewöhnliche solution of the nitrate salts one lets the Ammoniumdichromatlösung zutropfen under agitating at a temperature of 50 C slowly. The separating precipitation contains the zinc chromate Akkum. By the further neutralization of the Mutterlauge with ammonia up to the pH = 7 the activators become quantitatively than adducts please.

The gefällte Präzipitāt by portion with little hydrogen distance of the nitrate washed and dried with 60 C.

The received metal Ammonchromat is thermally decomposed afterwards in a rotary kiln. This is not done via careful heating of the raw adduct up up to furnace temperatures between 150-200 C. the received raw contact is black and shows in the Roentgen diagram interference. This multi-material component mixture of oxides Zinke, copper, cadmium and chrome besitzt this amorphous Beschaffenheit dehydrierende effect. The activity is still small, those selectivity likewise. For the achievement of high activities, conversions and large selectivity of the catalytic matrix 24, 57 g Ammoniumdichromat is added afterwards to the raw contact, which in a quantity of 150 g is present, and this contact matrix is annealed 4 hours with 400 C. In the way the manufactured catalyst is for dehydrierungsreaktionen of alcohols in the vapor phase very specifically and-possesses a high activity and. Selektivität Seine spec surface amounts to 48 m²/g (praying

procedure, measurement N2).

23 g of the received catalyst powder are laid on on 75 g Bimstein. In addition the contact is more in Wasser mixed into a paste with, course-added afterwards Bimsteine and covered by slow evaporation of the water under rotary movement the surface of the Bimsteine with contact. These are filled into a glass tube by 16mm clearance and 1 200mm long one. In the axle of the pipe is in a thin glass tube an adjustably arranged thermocouple. The Reaktionsrohr is inserted in an electrically heated furnace and connected with an alcohol evaporator. From the Reaktionsrohr withdrawing hot reaction gases are hydrogen-separately derived in a Wasserkühler condensed and cerium formed. During a hourly load of 80 ccm wasserfrei 2 - Äthylbutanol and a reaction temperature of 375 C with atmosphere pressure the conversion 85% the selectivity amounts to lies with 99,8%.

With the same catalyst, however under other conditions, the following results are obtained when using the alcohol managing specified: 2-Äthylbutanol reaction activity D. Conversion selectivity dosage temperature of catalyst % v. 2-Äthylbutanol ccm/h C % % 110,350 73 68 93 100 "77 7598,4

80 "84 8599, 4

65 "84.5 84 99,8

50 "84 80 98,5

30 " 80 7597,7

83,5 250 40.538 94.0 "300 73.0 73 90" 350 86.7 85 99.8 "375 92.7 86 99.8 comparison attempt A this attempt with a Zinkchromit catalyst, ent speaking the US patent specification 2,178,761, example II, however without Ammondichromat additive annealed wurde, accomplished. 23 g of the catalyst were examined in that example 1 specified experimental assembly. During a hourly load of 80 ccm the following result will receive to water-free 2-Äthylbutanol, a reaction temperature of 375 C and atmospheric pressure: Activity of the catalyst conversion selectivity of 2-Äthyl butanol

78% 67% 87% example 2 with in accordance with example 1 manufactured the catalyst and described performing and under der indicated conditions 70 ccm/h water-free n-Hexanol at a temperature of 375 C over the contact is led. It will receive the following Ergebnis: Activity the catalyst conversion selectivity of Capron aldehyde

85% 87% 98.3% example 3 over the catalyst used in example i is led at a temperature of 375 C in dehydrogenation equipment described there on same conditions 80 g/h water-free Pentanol (3). The following following is received: Activity of the catalyst conversion selectivity v.

Pentanon (3)

95% 91% 99.9% example 4 the procedure after example 1 was repeated. The water content von 2-Äthylbutanol 0.20 Gew.% amounted to related to 2-Äthyl butanol. Under these conditions arise: Activity of the catalyst conversion selectivity of 2-Äthyl

84% 60% 95% butanol example 5 using in example 1 described the catalyst and under the conditions indicated there BO are dehydrogenate-furnace-fed ml/h Penten (4) ol (1) into. Following DTE result is received: Activity of the catalyst conversion Selektivität v. Penten (4) aluminium

81% 78% 93% example 6 the catalyst manufactured in accordance with example 1 is used in the test equipment described likewise there. 80 ccm Decanol (1) is led once per hour over the catalyst. At a dehydrogenation temperature of 400 C and atmospheric pressure one receives the following result: Activity of the catalyst conversion selectivity v. Decanal (1)

84% 77% 85%

DATA supplied from the DATA cousin esp@cenet - Worldwide

[Home](#) [Index](#) [Resources](#) [Contacts](#) [Internet](#) [Search](#)

Scientific & Technical Information Center

[Home](#) > [Translations Branch](#) >

Translation Request Confirmation

SERVICES

Database Search	submit
PLUS Search	submit
Book/Article Delivery	submit
Book/Journal Purchase	submit
Foreign Patents	submit
Virtual EIC	
Translation	submit
SIRA Automation Training	
STIC Demos & Events	

RESOURCES

[STIC Online Catalog](#)
[New Resources](#)
[Databases](#)
[E-Books](#) [search](#)
[E-Journals](#) [search](#)
[Legal Tools](#)
[Nanotechnology](#)
[Reference Tools](#)
[Search Templates](#)
[Traditional Knowledge and Medicine](#)

STIC

[About Us](#)
[FAQ](#)
[Locations & Hours](#)
[News](#)
[Site Map](#)
[Staff](#)

Search STIC Site

Thank you, MARIALOUISA LAO. Your request (shown below) successfully sent to the STIC Translations Branch staff and generated confirmation email was also sent to your own email MARIALOUISA.LAO@USPTO.GOV.

Your name: MARIALOUISA LAO
Email address: MARIALOUISA.LAO@USPTO.GOV
U.S. Serial Number: 10/572628
Phone Number: (571)272-9930
Office Location: REM 05C25
Art Unit: GROUP ART UNIT 1621
Is this for the Board of Patent Appeals? No
Date of Request: 2/20/2007
Date Needed By: 3/7/2007

Document Identification

1. Patent
Document No.: DE2358254
Country Code: DE
Publication Date: 1975-06-05
Language: German
First Inventor Name: Summer Oswin Dipling

Will you accept an English Language Equivalent? (No)
Would you like to review this document with a translator prior to having a complete w

Additional Comments:

[Click here to Make Another Request.](#)

Submit questions, comments and suggestions to [Arti Shah](#)

To report technical pro

Please obey USPTO "Rules of the Road ([PDF Doc](#))"
when using Internet resources.

If you cannot access a file because of a missing or non-working plugin, please contact the Help Desk at 2-9000 for installation assistance.

[Intranet Home](#) | [Index](#) | [Resources](#) | [Contacts](#) | [Internet](#) | [Search](#) | [Firewall](#) | [Web Services](#)

Last modified 02/20/2007 18:41:57

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.